## REINFORCED POLYAMIDE RESIN COMPOSITION

Publication number: JP6234896
Publication date: 1994-08-23

Inventor:

TOMITA HIROYUKI; TAKEDA TADASHI; MATSUOKA

KUMIKO; MARUYAMA SATOSHI

Applicant:

SHOWA DENKO KK

Classification:

- international:

C08K9/06; C08L23/10; C08L23/26; C08L77/00; C08K9/00; C08L23/00; C08L77/00; (IPC1-7): C08L23/26; C08K9/06; C08L23/10; C08L77/00

- european:

Application number: JP19930021253 19930209 Priority number(s): JP19930021253 19930209

Report a data error here

### Abstract of JP6234896

PURPOSE:To obtain a reinforced polyamide resin composition which can be used as a radiator tank for motor cars because of its excellent water resistance, solvent resistance and high tensile strength by blending polyamide resin, modified polyolefin, polypropylene resin and inorganic fillers in specific ratios respectively. CONSTITUTION:The composition comprises (A) 100 pts.wt. polyamide resin such as nylon 66 or nylon 6, (B) 0.5 to 100 pts.wt. modified polyolefin, preferably grafted polyolefin, or modified polyolefin terpolymer, (C) 0 to 150 pts.wt., preferably 5 to 100 pts.wt. polypropylene resin and (D) 50 to 300 pts.wt., preferably 80 to 250 pts.wt. inorganic filler, preferably glass fiber treated with succinic acid (its anhydrided) of formula I or formula II (R1 through R3 are 1-10C alkyl; R4 to R5 are H, methyl; n is 1 to 15) or its anhydride.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平6-234896

(43)公開日 平成6年(1994)8月23日

技術表示簡	FI	庁内整理番号	識別記号		(51)Int.Cl. <sup>5</sup>		
24,1194.17 [2]		7107-4 J	LDA	23/26	C08L		
		7242-4 J	KFU	9/06	C 0 8 K		
		7107-4 J	LCG	23/10	C 0 8 L		
		7107-4 J	LCV				
		9286-4 J	LQS	77/00			
未請求 請求項の数1 OL (全 7 頁	審査請求						
000002004	(71)出願人		特願平521253	(21)出願番号			
昭和電工株式会社							
東京都港区芝大門 1 丁目13番 9号		月9日	平成5年(1993)2.		(22)出願日		
	(72)発明者						
神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番2号 昭							
和電工株式会社川崎樹脂研究所内							
武田。正	(72)発明者						
神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番2号 昭							
和電工株式会社川崎樹脂研究所内							
松岡 久美子	(72)発明者						
神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番2号 昭							
和電工株式会社川崎樹脂研究所内							
弁理士 寺田 實	(74)代理人						
最終頁に続く							

(54)【発明の名称】 強化ポリアミド樹脂組成物

## (57)【要約】

【目的】 耐水性、耐溶剤性に優れ、かつ、良好な引張 強度を有する強化ポリアミド樹脂組成物を提供する。

【構成】 (A)ポリアミド樹脂 100重量部、

- (B)変性ポリオレフィン0.5~100重量部、
- (C) ポリプロピレン樹脂 0~150重量部および
- (D) メルカプトシラン基を有するコハク酸系またはコハク酸無水物系化合物により表面処理された無機充填剤 50~3·00重量部からなるポリアミド系樹脂組成物である。

樹脂組成物。

(化1)

1

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A)ポリアミド樹脂 100重量部、

- (B)変性ポリオレフィン 0.5~100重量部、
- (C) ポリプロピレン樹脂 0~150重量部および
- (D) 下記(1) または(II) 式で示されるコハク酸系\*

(化2)

(式中、R、、R、およびR,はそれぞれ単独に炭素数 1~1·0のアルキル基を、R、およびR、はそれぞれ単 独に水素またはメチル基を、nは1~15の整数を表わ 20 す。)

# 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、耐水性、耐溶剤性に優 れ、かつ、引張強度も良好な、特に自動車用ラジエータ ータンクに好適に用いられるポリアミド樹脂組成物に関 する。

### [0002]

【従来の技術】ボリアミド樹脂は、その物理的、化学的 種成形材料として多方面にわたり広く利用されている。 しかし、その反面、耐衝撃性が低い点、および吸水性を 有するため、時間の経過とともに成形品の寸法変化およ び機械的強度の低下が生ずるという欠点を有する。

【0003】とれを改良する方法として、従来からポリ アミド樹脂にオレフィン重合体および不飽和カルボン酸 またはその誘導体をグラフトした変性ポリオレフィンを 配合した組成物が提案されている(例えば、特公昭42-1 2546号公報、特公昭45-30945号公報、特公昭50-7636 号 公報など)。さらには、無機充填材で強化した組成物と して、自動車部品、電気・電子部品、機械部品分野で広※

※く実用化の検討がなされ、一部では実用化されている。 [0004]

\* またはコハク酸無水物系化合物により表面処理された無

機充填材 50~300重量部からなる強化ポリアミド

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の 組成物においても、耐水性および耐溶剤性がまだ十分で ないという問題があり、成形材料としての用途が限定さ れる場合も見られる。以上のことから、本発明は、ポリ アミド樹脂が本来有する優れた諸特性を損なうことな く、優れた耐水性と耐溶剤性を有し、かつ引張強度も良 好なポリアミド樹脂組成物を提供することを目的とす

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意研究 特性が優れているととにより、合成繊維、フィルム、各 30 を重ねた結果、無機充填材の表面処理剤として特定のコ ハク酸系化合物を用いることにより上記目的が達成され ることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成する に至った。すなわち、本発明は、(A) ポリアミド樹脂 100重量部、(B)変性ポリオレフィン 0.5~ 100重量部、(C)ポリプロピレン樹脂 0~150 重量部および(D)下記(I)または(II)式で示され るコハク酸系またはコハク酸無水物系化合物により表面 処理された無機充填材 50~300重量部からなる強 化ポリアミド樹脂組成物を提供するものである。

[0006]

$$\begin{array}{ccc}
R_4 & OR_1 \\
 & | & | \\
 & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | & | & | \\
 & | &$$

[0007]

(1t4)

(3) 特開平6-  

$$OC-CH_2$$
  $R_5$   $R_4$   $OR_1$  (II)  $OC-CH-S-CH_2-CH-CO-(CH)_n - Si-OR_2$   $OR_3$ 

(式中、R, R, およびR, はそれぞれ単独に炭素数 1~10のアルキル基を、R. およびR, はそれぞれ単 独に水素またはメチル基を、nは1~15の整数を表わ す。)

【0008】以下、本発明を具体的に説明する。本発明 に使用するボリアミド樹脂は、アミド結合 (-CONH -)を有する直鎖状高分子化合物であり、大別して二塩 基酸とジアミンとを重縮合して得られるポリアミドおよ び環状ラクタムやアミノ酸を自己重縮合して得られるボ リアミドが知られている。前者の代表例としては、ヘキ サメチレンジアミンとアジピン酸との重縮合物 (ナイロ ン66)、ヘキサメチレンジアミンとセバシン酸との重 縮合物(ナイロン610)、ヘキサメチレンジアミンと ドデカン酸との重縮合物(ナイロン612)、ヘキサメ チレンジアミンとテレフタル酸との重縮合物(ナイロン 6 T)、キシリレンジアミンとアジピン酸との重縮合物 (XD6ナイロン) およびキシリレンジアミンとセバチ ン酸との重縮合物(XD10ナイロン)が挙げられる。 【0009】また、後者の代表例としては、カプロラク タムの自己重縮合物(ナイロン6)、10-アミノウン デカン酸の自己重縮合物(ナイロン11)およびラウリ ンラクタムの自己重縮合物(ナイロン12)が挙げられ る。これらのポリアミド樹脂は単独で用いてもよく、ま た2種以上を併用してもよい。また、これらのポリアミ **ド樹脂の重合度は、特に限定するものではないが、一般** に相対粘度が2.0~5.0であり、特に2.5~4. 5が好ましい。

【0010】また、本発明に使用する変性ポリオレフィ ンは、ボリオレフィンに反応性単量体をグラフトしたも の、αーオレフィンと官能基を有する単量体との共重合 体など種々のものが挙げられるが、次の2種類のものが なかでも好ましい。すなわち、(a)ポリオレフィン  $(C, ラジカル発生剤の存在下で <math>\alpha, \beta$  - 不飽和カルボン 酸またはその誘導体をグラフトしたグラフト変性ポリオ レフィン、および (b) オレフィン (特にα-オレフィ ン) に、α, β-不飽和カルボン酸またはその誘導体、 およびメタクリル酸エステルまたはアクリル酸エステル を共重合して得られる三元系変性ポリオレフィンであ る。

【0011】とのうち、上記(a)のグラフト変性ポリ オレフィンについて、そのベースとなるポリオレフィン は、種々のものがあるが、好ましくは低密度ポリエチレ ン、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン、線状低 密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテンー1、

ポリメチルペンテンー1、エチレンとα-オレフィンと の共重合体(エチレンープロピレン共重合体、エチレン - ブロピレン - ジェン三元共重合体、エチレン - ブテン 10 - 1 共重合体など)、エチレンとビニル化合物との共重 合体(エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アク リル酸共重合体、エチレンーアクリル酸エステル共重合 体、エチレンーメタクリル酸共重合体、エチレンーメタ クリル酸エステル共重合体、エチレン- (メタ) アクリ ル酸 (エステル) - α, β-不飽和カルボン酸 (誘導 体) 三元共重合体、エチレン-塩化ビニル共重合体な ど)、あるいはこれらの混合物が挙げられる。

【0012】また、グラフト変性に用いる $\alpha$ 、 $\beta$ -不飽 和カルボン酸またはその誘導体としては、アクリル酸、 マレイン酸、フマール酸、イタコン酸、3,6-エンド メチレンー1,2,3,6-テトラヒドローシスーフタ ル酸またはこれらの無水物やエステル類、2-ジメチル アミノエチルメタクリレート等のアルキルアミノメタク リレートおよびグリシジルメタクリレート等が挙げら れ、なかでもアクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸 あるいは3,6-エンドメチレン-1,2,3,6-テ トラヒドローシスーフタル酸の無水物が好ましい。な お、これらは単独で用いても二種以上を混合して用いて もよい。

【0013】さらに、グラフト変性に用いるラジカル発 生剤としては、ジクミルパーオキサイド; ベンゾイルパ ーオキサイド; ジー t - ブチルパーオキサイド; 2, 5 -ジメチル-2,5-(t-ブチルパーオキシ)へキサ ン; 2, 5-ジメチル-2, 5-ジ- (t-ブチルパー オキシ) ヘキセン-3; ラウロイルパーオキサイド; t - ブチルパーオキシベンゾエート等の有機過酸化物が好 適に使用される。

【0014】前記(a)のグラフト変性ポリオレフィン を製造するにあたっては、上述のポリオレフィンを適当に 40 な溶媒に懸濁あるいは溶解させ、これに上記 $\alpha$ 、 $\beta$ -不 飽和カルボン酸またはその誘導体、およびラジカル発生 剤を加えて加熱撹拌する方法、あるいはポリオレフィン とα、β-不飽和カルボン酸またはその誘導体ならびに ラジカル発生剤を予め混合し、押出機、バンバリーミキ サー、ニーダー等を用いて溶融混練する方法などがあ り、特に後者の方法が好適に採用される。この際に用い る各混合物の使用量は、状況に応じて適宜選定すればよ く、特に制限はないが、通常はポリオレフィン100重 量部に対し、 $\alpha$ ,  $\beta$  - 不飽和カルボン酸またはその誘導 50 体0.1~5.0重量部およびラジカル発生剤0.1~

5

# 5. 0重量部を目安とすればよい。

【0015】とのようなグラフト変性ポリオレフィンは、ポリオレフィンに α、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体がグラフトした構造となっているが、グラフトした官能基(つまり α、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体に由来するカルボキシル基など)の数(渡度)が一定のものでもよいが、異なる官能基数のものあるいはグラフトされるポリオレフィンの種類の異なるものの混合物とすることが好ましい。特に、グラフト付加量を0.05~5重量%の範囲で選定することが好ましい。このように官能基数やポリオレフィンの種類に幅ないし分布をもたせることにより、ポリアミド中の分散相であるプロピレン樹脂の粒径分布が広がり、得られるポリアミド組成物の耐衝撃性、耐熱性、耐剥離性、さらにその他の物性の向上が一層顕著になる。

【0016】一方、前記(b)の三元系変性ポリオレフィンについて、オレフィンモノマーは、種々あるが、好ましくはエチレン、プロピレン、ブテンー1、メチルペンテンー1などであり、とりわけエチレンが好ましい。また、α、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体としては、前述したものと同様である。この三元系変性ポリオレフィンの製造は、通常の重合方法を用い得る。この際に用いる各化合物の使用量は、状况に応じて適宜選定すればよく特に制限はないが、通常はオリフィン100重量部に対しα、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体1~5重量部およびメタクリル酸エステルまたはアクリル酸エステル8~25重量部を目安とすればよい。

【0017】とのような三元系変性ボリオレフィンは、オレフィン単位と、α、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体の単位ならびにメタクリル酸エステルまたはアクリル酸エステルの単位がランダムまたはブロック共重合した構造となっているが、共重合した官能基(つまりα、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体に由来するカルボキシル基など)の数(濃度)が一定のものでもよいが、異なる官能基数のものあるいはボリオレフィン単位の種類の異なるものの混合物とすることが好ましい。この場合、特に三元系変性ボリオレフィン中のα、βー不飽和カルボン酸またはその誘導体単位の含量が、0.05~10重量%であることが好ましい。

HOOC-CH-S-CH<sub>2</sub> -CH-CO

\* 【0018】本発明の組成物における変性ポリオレフィンの配合量は、ポリアミド樹脂100重量部に対し0.5~100重量部である。変性ポリオレフィンの配合量が0.5重量部未満では、所望の物性が付与できない。一方、100重量部を超えると、逆に諸物性が低下する恐れがある。

6

【0019】また、本発明で使用するポリプロピレン樹 脂は、プロピレンの単独重合体およびプロピレンと他の α-オレフィンとの共重合体である。 ここで共重合体と 10 はランダムまたはブロックの共重合体が含まれる。他の α-オレフィンとしては、例えばエチレン、ブテン-1 などが挙げられる。また、これらのポリプロピレン樹脂 は2種以上を併用するととができる。 さらに、該樹脂に は、オレフィン系の共重合体ゴム、例えばエチレン-ブ ロビレンゴム、エチレンーブテンゴム、プロビレンーブ テンゴム、エチレン・プロピレン-ジエン三元共重合体 ゴムなどを少量含有させたものであってもよい。ポリブ ロビレン樹脂の分子量は、特に制限するものはないが、 通常MFRが1~20g/10分のものが好適である。 【0020】本発明の組成物におけるポリプロピレン樹 脂の配合量は、ポリアミド樹脂100重量部に対し0~ 150重量部であり、好ましくは5~100重量部であ る。すなわち、本発明の組成物では、ポリプロピレン樹 脂は配合しなくてもよいが、配合することによりさらに 優れた耐水性および耐溶剤性を発揮する。ポリプロピレ ン樹脂の配合量が150重量部を超えると、得られる組 成物の耐熱性、機械的強度などの物性が低下する。

【0021】なお、本発明の組成物に要求する物性のうち、吸水性および耐塩化カルシウム性を重視する場合は、変性ポリオレフィンとポリプロピレン樹脂の合計配合量を、ポリアミド樹脂の配合量より多くすることが効果的っである。また、耐熱性を特に期待する場合には、ポリアミド樹脂の配合量の方を多くすることが好ましい。

【0022】さらに、本発明における無機充填材は、下記(1)または(II)式で示されるコハク酸系またはコハク酸無水物系化合物で表面処理したものを使用する。 【化5】

 $\begin{array}{ccc}
R_4 & OR_1 \\
CO-(CH)_n - Si - OR_2 & (I) \\
O & OR_3
\end{array}$ 

[0023]

(化6)

(式中、R, 、R, およびR, はそれぞれ単独に炭素数  $1\sim10$ のアルキル基を、R, およびR, はそれぞれ単独に水素またはメチル基を、nは $1\sim15$ の整数を表わす。)

【0024】該無機充填材としては従来公知の各種充填 材が使用できる。その例としては、例えば、酸化鉄、ア ルミナ、酸化マグネシウム、亜鉛華などの酸化物:水酸 化アルミニウム、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグ ネシウム、水酸化カルシウム、酸化錫水和物、酸化ジル コニウム水和物などの水和金属酸化物;炭酸カルシウ ム、炭酸マグネシウムなどの炭酸塩;タルク、クレー、 ベントナイト、アタパルジャイトなどの珪酸塩;ほう酸 バリウム、ほう酸亜鉛などのほう酸塩; 燐酸アルミニウ ム、トリポリリン酸ナトリウムなどの燐酸塩;石膏など の硫酸塩などを挙げることができる。また、繊維状充填 材としては、例えばガラス繊維、チタン酸カリウム繊 維、金属皮膜ガラス繊維、セラミックス繊維、ウォラス ドナイト、金属炭化物繊維などを挙げることができる。 その他のものとしては、ガラスビーズ、ガラスバルー ン、シラスバルーンなどの球状物、ガラス粉末、ガラス フレーク、マイカなどを挙げることができる。これらの 無機充填材は単独でも、2種以上を混合しても用いると とができる。これらの中でも、特にガラス繊維が好まし い。表面処理された無機充填材の配合量は、ポリアミド 樹脂100重量部に対し50~300重量部、より好ま しくは80~250重量部である。配合量が50重量部 未満では充填材の補強効果が十分でない。一方、300 重量部を超えると成形性が低下し好ましくない。

【0025】前記コハク酸系またはコハク酸無水物系化合物の具体例としては、例えば、1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ(3-トリメトキシシリルプロビル)ブチル]コハク酸、1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ(3-トリエトキシシリルプロビル)ブチル]コハク酸、1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ(3-トリメトキシシリルプロビル)プロビル]コハク酸、1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ(3-トリメトキシシリルペンチル)プチル]コハク酸および1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ(1-メチル-3-トリメトキシシリルプロビル)ブチル]コハク酸ならびにそれらの無水物が挙げられる。

【0026】上記化合物は1種でもよく、2種以上を併用してもよい。また、使用するにあたり、必要に応じて水溶液、あるいはアルコール、ケトン、ハロゲン化炭化水素などの有機溶剤溶液として用いることができる。上 50

記化合物の量は、無機充填剤100重量部に対し通常 0.5~20重量部、さらに好ましくは1.0~15重 量部である。また、表面処理は公知の手段で行なうこと ができる(例えば、特公昭41-17049号公報、特公昭60-6739号公報など)。

【0027】上記化合物の合成方法としては、メルカプトシランとマレイン酸または無水マレイン酸を、熱またはアゾ系あるいは過酸化物などのラジカル開始剤の存在下でラジカル付加する方法、ジェチルアミン、トリエチルアミンなどの塩基性触媒の存在下でアニオン付加する方法およびパラトルエンスルホン酸などの酸性触媒の存在下でカチオン付加する方法などが挙げられる。本発明の組成物を製造するには、当該技術分野において一般に20 用いられているヘンシェルミキサー、タンブラー、ニーダー、バンバリーミキサーおよびスクリュー式押出機などの混合機を使用すればよい。一層均一な組成物を得るには、これらの混合機を二種以上併用すればよい。溶融混練時の温度は、一般に150~350℃であり、とりわけ180~300℃が好ましい。

【0028】本発明の組成物には、所望により通常用いられている種々の添加剤、例えば滑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、離型剤、可塑剤、染料、顔料、各種充填剤などを添加することができる。また、本30発明の組成物は、一般に使用されている押出成形機、射出成形機、圧縮成形機などを用いて所望の形状に成形できる。

[0029]

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに詳しく説明する。なお、引張強度はASTM D638に準拠した。また、耐溶剤性試験はASTM1号ダンベルを用い、120℃の50重量%エチレングリコール水溶液に1000時間浸漬後、引張強度を測定した。

【0030】製造例、

40 本発明で使用するコハク酸系または無水コハク酸系化合物は次の方法により用意した。メルカプトコハク酸15gをアーメタクリロキシプロピルトリメドキシシラン24.8gに溶解し、無水硫酸マグネシウム20gを加えて撹拌乾燥し、無水硫酸マグネシウムを適別後、500m1フラスコに投入した。さらに、ジエチルアミン0.24gを加え、40℃で8時間、ついで窒素雰囲気中120℃で4時間反応した。得られた粗生成物をセルロースカラムクロマト(留出溶媒:ヘキサン/酢酸エチル=5/5(容積比))を用いて精製し、無色透明の1-50 [1-チオ-3-カルボニルオキシ(3-トリメトキシ

シリルプロピル) ブチル] コハク酸無水物(以下、KM という)を得た。

【0031】また、メルカプトコハク酸15gをィーメ タクリロキシプロピルトリメトキシシラン24.8gに 溶解し、無水硫酸マグネシウム20gを加えて撹拌乾燥 し、無水硫酸マグネシウムを濾別後、500m1フラス コに投入した。さらに、2、2'-アゾビスイソバレロ ニトリル0.24gを加えて、常温下で撹拌しながら 0. 31/hrの乾燥窒素で30分間パブリングを行な に70℃で30分間、さらに80℃で1時間反応を行な った。得られた粗生成物を上記クロマトを用いて精製 し、無色透明の1-[1-チオ-3-カルボニルオキシ (3-トリメトキシシリルプロピル) ブチル] コハク酸 (以下、ΚΑ-1という)を得た。同様にして、アーメ タクリロオキシプロビルトリエトキシシランを用いて1 - [ ] - チオー 3 - カルボニルオキシ(3 - トリエトキ シシリルプロピル) ブチル] コハク酸 (以下、KA-2 という)を得た。

(昭和電工社製、テクニールA216) (以下、PA6 6という)、ナイロン6樹脂(昭和電工社製、テクニー ルC216) (以下PA6という) およびナイロン66 -6樹脂(昭和電工社製、テクニールB216) (以 下、PA66-6という)を使用した。

【0033】変性ポリオレフィンとして、MFRが1. 0g/10分であるアイソタクチックポリプロピレンに 無水マレイン酸を0.35重量%グラフトしたグラフト

変性物を使用した。

【0034】ポリプロピレン樹脂として、MFRが18 g/10分であるボリプロビレン(昭和電工社製、ショ ウアロマーMA610H)を使用した。無機充填材とし て、直径13μ、長さ3mmのEガラス繊維を使用し た。また、比較のため表面処理剤として、3-アミノブ ロビルトリメトキシシラン(以下、S-1という)、ァ - メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン(以下、 S-2という)、アーメルカプトプロピルトリメトキシ った後、50℃で1時間、ついで60℃で1時間、さら 10 シラン(以下、S-3という)、ビニルトリエトキシシ ラン(以下、S-4という)、γ-グリシドキシプロピ ルトリメトキシシラン(以下、S-5という)、N-B (アミノエチル) ァーアミノプロビルトリメトキシシラ ン(以下、S-6)および3-イソシアナートプロビル トリメトキシシラン(以下、S-7という)を使用し

10

【0035】実施例1~7、比較例1~7 表1に種類および配合量が示されているポリアミド樹 脂、無機充填材および表面処理剤を用いて同方向2軸押 【0032】ポリアミド樹脂として、ナイロン66樹脂 20 出機で280℃で混練した。次に、混練物をASTM1 号ダンベルに射出成形した。得られた成形品の引張強度 を測定した。また、耐溶剤性試験を行ない、その後引張 強度を測定した。これらの結果を表して示す。なお、充 填材の表面処理は、使用する表面処理剤の1%メタノー ル溶液を調整し、これに充填材を常温で1時間浸漬した 後、30℃で真空乾燥を行なって実施した。

[0036]

【表1】

	11														12
型程施	兵験後 引張強度 (kg/cm²)	1060	1350	1140	1200	1280	1360	1180	870	8 4 0	1010	006	1000	1000	1020
引强強度	(kg/cm²)	1250	0091	1370	1420	1520	1600	1540	1080	1060	1250	1120	1270	1250	1290
3	<b>≢</b>	ЖЖ	"	K A - 1	K A - 2	K A - 1	X	K A – 2	S - 1	5-2	S-3	N - 4	5-5	S - 6	S-7
無機充填剤	配合 医白斑 医白斑 医二甲二甲二甲二甲二甲二甲二甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲甲	16	7.1	ю г	9 8	7 1	1 &	99	16	88	99	38	7 1	7.1	7.1
<b>ボップロアフン</b> 華 男	10年	3.6	ري 0	4 6	0.6	58	0	3 1	36	4 6	3 1	4 6	50	58	8
数件ポリオレフィン	配合鍵(飯食部)	7	1.7	80	7 0	80	2 5	2 3	7	œ	2 3	σ <sub>0</sub>	1.7	œ	8
1. 五五四	配合量(重量部)	1 0 0	*		"	"	*	*	1 0 0	*	*	3	•	*	"
ボリアミ	五	PA66	"	"	"	P A 6	*	P A 66-6	PA66	*	P A 66-6	PA66	*	P A 6	PA6
英語は	6 数 中	突筋例 1	, 2	e "	4	ις ·	9 *	L "	比較多 1	7	8	4	2	9.	L "

[0037]

40\*部品、電気・電子機器部品、その他の工業部品の分野に おいて有望である。

【発明の効果】本発明の樹脂組成物は、耐水性、耐溶剤 性に優れ、かつ、良好な引張強度を有するので、自動車\*

フロントページの続き

(72)発明者 丸山 敏

神奈川県川崎市川崎区千鳥町3番2号 昭 和電工株式会社川崎樹脂研究所内